

# Министерство образования и науки Российской Федерации

УДК 537.226.4  
ГРНТИ 29.19.35  
Инв. №

ПРИНЯТО:	УТВЕРЖДЕНО:
Исполнитель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский государственный университет им. А.М. Горького"	Государственный заказчик Министерство образования и науки Российской Федерации
От имени Руководителя организации Проректор по инновационной деятельности  _____/Кружаев В.В. /	От имени Государственного заказчика  _____/_____/

## НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ОТЧЕТ

о выполнении 2 этапа Государственного контракта № П2127 от 5 ноября 2010 г. и  
Дополнению от 02 апреля 2010 № П2127/1

Исполнитель: Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский государственный университет им. А.М. Горького"
Программа (мероприятие): Федеральная целевая программ «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг., в рамках реализации мероприятия № 1.3.2 Проведение научных исследований целевыми аспирантами.
Проект: Разработка методов тестирования качества пластин нелинейно-оптических сегнетоэлектриков для создания высокоэффективных преобразователей лазерного излучения на основе периодических доменных структур.
Руководитель проекта:  _____/Ахматханов А.Р./ (подпись) ФИО

Екатеринбург  
2010 г.

# **СПИСОК ОСНОВНЫХ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ**

**по Государственному контракту П2127 от 5 ноября 2009 на выполнение поисковых научно-исследовательских работ для государственных нужд**

Организация-Исполнитель: Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский государственный университет им. А.М.Горького»

Руководитель темы:

без ученой степени, без  
ученого звания

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Ахматханов А. Р.

Исполнители темы:

без ученой степени, без  
ученого звания

\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Ахматханов А. Р.

## РЕФЕРАТ

Отчет 40 с., 5 ч., 15 рис., 5 табл., 8 источн., 0 прил.

### СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКИ, ДОМЕННАЯ ИНЖЕНЕРИЯ, ПЕРЕКЛЮЧЕНИЕ ПОЛЯРИЗАЦИИ, ПЕРИОДИЧЕСКАЯ ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА, НИОБАТ ЛИТИЯ, ТАНТАЛАТ ЛИТИЯ, ГЕНЕРАЦИЯ ВТОРОЙ ГАРМОНИКИ, ВНУТРЕННЕЕ ПОЛЕ

В отчете представлены результаты исследований, выполненных по 2 этапу Государственного контракта №П2127 "Разработка методов тестирования качества пластин нелинейно-оптических сегнетоэлектриков для создания высокоэффективных преобразователей лазерного излучения на основе периодических доменных структур." (шифр "НК-394П") от 5 ноября 2009 г по направлению "Приборостроение, основанное на новых физических принципах" в рамках мероприятия 1.3.2 "Проведение научных исследований целевыми аспирантами.", мероприятия 1.3 "Проведение научных исследований молодыми учеными - кандидатами наук и целевыми аспирантами в научно-образовательных центрах", направления 1 "Стимулирование закрепления молодежи в сфере науки, образования и высоких технологий." федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 годы.

Цель работы - Разработка методов тестирования качества пластин нелинейно-оптических сегнетоэлектриков для создания высокоэффективных преобразователей лазерного излучения на основе периодических доменных структур

Для тестирования качества пластин нелинейно-оптических сегнетоэлектриков был использован метод регистрации тока переключения при приложении внешнего поля с одновременной визуализацией кинетики доменной структуры с помощью поляризационно-оптического микроскопа. Для создания структур периодических полосовых электродов на поверхности сегнетоэлектрических пластин использовались методы фотолитографии (прямая и взрывная литография).

Использовалось современное оборудование Уральского центра коллективного пользования "Современные нанотехнологии" Уральского государственного университета им. А.М. Горького

Научно-технический отчет

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	5
ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ .....	7
1. Аннотированная справка по научным результатам НИР, полученным на I этапе .....	7
2. Аналитический отчет о проведении теоретических и экспериментальных исследований .....	9
2.1 Оптимизация предложенных методик тестирования сегнетоэлектрических пластин .....	9
2.2.Тестирование пластин, выращенных ведущими мировыми производителями монокристаллов ниобата лития и танталата лития .....	13
2.3 Изготовление лабораторных образцов периодических доменных структур .....	20
3. Отчет по обобщению и оценке результатов исследований .....	29
Рекомендации по возможности использования результатов проведенных НИР в реальном секторе экономики. ....	30
4. Публикации результатов НИР .....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
4.1 Заключение экспертной комиссии по открытому опубликованию ..	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
4.2 Копия статьи, опубликованной в журнале ВАК .....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	31
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....	32

## ВВЕДЕНИЕ

Монокристаллы ниобата лития и танталата лития являются основными материалами нелинейной оптики, применяемыми для создания периодических микро- и нанодоменных структур в элементах преобразования частоты лазерного излучения. Периодические доменные структуры создаются путем приложения импульса напряжения специальной формы к периодическим полосовым электродам, созданным с помощью фотолитографии. На данный момент потребности мирового рынка в элементах удвоения частоты исчисляются десятками миллионов элементов в год. Такие элементы найдут самое широкое применение в телекоммуникации, полупроводниковой промышленности, медицине и проекционном телевидении. Практический интерес представляют элементы со следующими параметрами: период доменной структуры от 4 мкм до 10 мкм, толщина не менее 1 мм, апертура - 0.5x0.5 мм. Для эффективного преобразования частоты лазерного излучения период доменной структуры должен быть выдержан с точностью до 10 нм. Необходимость соблюдения нано-точности накладывает высокие требования на качество пластин ниобата лития и танталата лития, в особенности на их однородность.

Подготовка пластин является сложным многостадийным процессом, который включает механическую обработку, монодоменизацию, то есть нагрев пластины до температуры Кюри с последующим охлаждением во внешнем электрическом поле, а также (для элементов повышенной мощности) легирование оксидом магния (молярная доля 5%). Сохранение однородности пластин на протяжении всех стадий обработки является, безусловно, сложной задачей. Таким образом успешное создание конкурентоспособных элементов преобразования частоты излучения существенно зависит от того, насколько разработаны методики тестирования однородности пластин с точки зрения их сегнетоэлектрических применений. Следует отметить, что государственных стандартов на выращиваемые монокристаллы ниобата лития и танталата лития для оптических применений в России нет, а в США существует лишь стандарт на монокристаллы для акустических применений.

Ниобат лития и танталат лития являются одноосными сегнетоэлектриками с аномально большой величиной коэрцитивного поля (21 кВ/мм), что затрудняет создание в них периодических микро- и нанодоменных структур. Известно, что высокие коэрцитивные поля в данных материалах связаны с большими внутренними полями. Наличие внутреннего поля смещения и его эволюция существенно влияет на кинетику

сегнетоэлектрических доменов в процессе переключения поляризации в монокристаллах семейства ниобата и танталата лития. После длительного нахождения в стабильном состоянии внутреннее поле в монокристалле становится близким к нулю из-за объемного экранирования. Переключение поляризации приводит к появлению внутреннего поля, которое затем начинает релаксировать, оказывая влияние на кинетику доменной структуры. Кроме того, объемное экранирование является определяющим механизмом стабилизации доменных структур сложной конфигурации. Поэтому основополагающим методом при тестировании качества пластин монокристаллов ниобата лития и танталата лития должен быть метод анализа процесса релаксации внутреннего поля.

## Основная часть

### 1. Аннотированная справка по научным результатам НИР, полученным на I этапе

Проведен аналитический обзор по применяемым на данный момент методикам анализа кинетики доменной структуры сегнетоэлектриков. Для тестирования качества сегнетоэлектрических пластин выбран ряд методик, включающий измерение зависимости коэрцитивного поля от скорости нарастания внешнего поля, зависимость времени переключения от величины внешнего поля, а также методики анализа процесса объемного экранирования деполяризующего поля: метод, основанный на анализе коэрцитивных полей при переключении образца в импульсах специальной формы, а также метод, основанный на анализе интенсивности прошедшего света в области, по которой только что прошла доменная стенка.

Апробация методик анализа процесса объемного экранирования позволила получить важные параметры данного процесса в монокристаллах конгруэнтного ниобата лития и танталата лития: характерное время объемного экранирования, максимальное значение поля объемного экранирования, пороговое поле переключения, тип релаксационной зависимости. Обнаружено существенное различие характерных времен объемного экранирования, которое соответствует различиям в кинетике доменной структуры в данных материалах. Получена зависимость поля объемного экранирования от времени, на основе которой определены времена стабилизации доменной структуры в танталате лития и ниобате лития. Данные параметры исключительно важны для создания устойчивых доменных структур в сегнетоэлектриках. Использование дополнительной оптической методики, основанной на анализе интенсивности прошедшего света в области скачка доменной стенки позволило получить характерные времена объемного экранирования в конгруэнтном ниобате лития альтернативным методом. Кроме того, данная методика является локальной, что позволит в дальнейшем использовать ее для анализа однородности параметров процесса объемного экранирования по образцу.

Методики анализа кинетики доменной структуры были апробированы в образцах ниобата и танталата лития стехиометрического состава. Измерены следующие основные параметры: поле активации, время переключения в пределе больших полей, коэрцитивное поле при квазистатическом переключении. Установлено существенное различие данных

параметров в исследованных материалах, что дает основания полагать, что чувствительности предложенных методик будет достаточно для тестирования качества сегнетоэлектрических пластин. Кроме того, измеренные параметры кинетики доменной структуры могут применяться для оптимального выбора длительности и амплитуды переключающего импульса при создании в данных материалах регулярных доменных структур.

Таким образом, на первом этапе были получены следующие основные результаты:

1. Аналитический обзор методик анализа кинетики доменной структуры и процесса объемного экранирования в сегнетоэлектрических монокристаллах
2. Разработанные методики измерения параметров кинетики доменной структуры и параметров процесса объемного экранирования, а также однородности данных параметров
3. Результаты апробации данных методик для измерения сегнетоэлектрических параметров пластин ниобата лития и танталата лития



## 2. Аналитический отчет о проведении теоретических и экспериментальных исследований

### 2.1 Оптимизация предложенных методик тестирования сегнетоэлектрических пластин

Для определения параметров процесса релаксации внутреннего поля на первом этапе выполнения Госконтракта был предложен метод, основанный на регистрации тока переключения в процессе прямого и обратного переключения с различным временем задержки. При этом переключение образца осуществляется импульсом специальной формы (рис. 1).

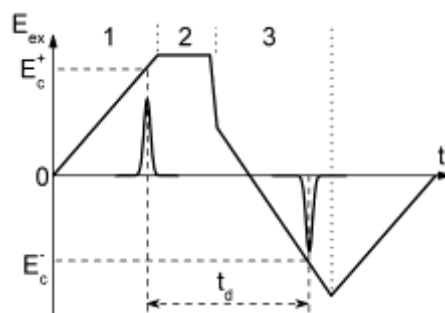


Рис. 1. Импульс внешнего поля, используемый для анализа процесса релаксации внутреннего поля.

Апробация данного метода показала, что во время стадии 2 импульса возможно переключение образца за границей электрода, что ухудшает точность измерений. Вместе с тем сброс поля на этой стадии до 0 В/мм не всегда возможен из-за явления самопроизвольного обратного переключения. Поэтому была предложена форма импульса с изменяемой величиной поля в стадии 2. Величина поля выбирается в каждом конкретном случае, исходя из следующих факторов: скорость релаксации внутреннего поля, необходимость получения минимального времени между прямым и обратным переключением, влияние внешнего поля на скорость релаксации внутреннего поля.

Также предложен способ подбора оптимального временного интервала между переключающими импульсами. С одной стороны данный интервал должен быть достаточно большой для того, чтобы внутреннее поле успело релаксировать к исходному состоянию. С другой стороны процесс тестирования пластины должен занимать минимальное время. Для определения минимального необходимого интервала производится переключение образца заданным импульсом с различным временем между импульсами. Минимальное необходимое время определяется как время, когда коэрцитивное поле в прямом направлении становится равным в пределах погрешности

измерений коэрцитивному полю при первом переключении монокристалла из полностью заэкранированного состояния. Полученный таким образом оптимальный временной интервал между импульсами может быть затем использован для тестирования всех пластин данного материала.

Была оптимизирована методика обработки экспериментальных данных в методе определения параметров процесса релаксации внутреннего поля. Ранее при аппроксимации экспериментальных данных использовалась зависимость поля объемного экранирования  $E_b$  от времени задержки  $t_d$ , в которой поле объемного экранирования релаксировало от значения  $(-E_{b\max})$  до значения  $E_{b\max}$ . Но при комнатной температуре внутреннее поле во многих материалах семейства ниобата лития и танталата лития релаксирует не полностью, а до некоторого значения  $(E_{b\max} - E_{bl})$ . Поэтому в формулу зависимости  $E_b(t_d)$  была добавлена долго релаксирующая составляющая поля объемного экранирования  $E_{bl}$ :

$$E_b(t_d) = E_{b\max} - E_{bl} - (2E_{b\max} - E_{bl}) \cdot \exp\left(-\frac{t_d}{\tau}\right) \quad (1)$$

Учет данного параметра позволил более точно аппроксимировать экспериментальные результаты и получить более точные параметры процесса релаксации внутреннего поля смещения.

Для анализа параметров релаксации внутреннего поля, а также однородности данных параметров был предложен метод, основанный на анализе контрастов, возникающих в области, по которой только что прошла доменная стенка. Отличительная особенность данного метода заключалась в том, что анализировалась релаксация внутреннего поля в месте скачка доменной стенки, а не под всем электродом. То есть данный метод позволял получать локальные параметры релаксации внутреннего поля смещения.

Апробирование данной методики указало на наличие определенных недостатков. Основной недостаток состоял в малом временном разрешении метода по сравнению с характерными временами релаксации внутренних полей в монокристаллах ниобата лития и танталата лития. Частота кадров видеокамеры составляла 15 fps. Для решения данного недостатка и определения оптимальных технических параметров видеокамеры был произведен ряд экспериментов по анализу кинетики доменной структуры с видеокамерой с значительно большей частотой кадров. Экспериментальные результаты по релаксации контрастов интенсивности в конгруэнтном ниобате лития (CLN) приведены на рис. 2а. Здесь приведена зависимость максимальной яркости в области прыжка стенки от времени. Частота кадров 450 fps.

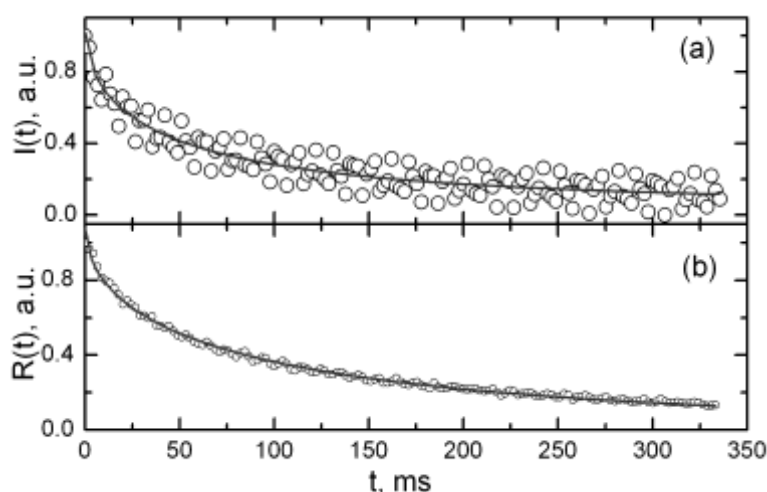


Рис. 2. Зависимость максимальной интенсивности (а) и размаха интенсивности (б) в области прыжка стенки от времени после прыжка.

Как видно, в этом случае обнаружился еще один недостаток метода - шумы источника освещения и внутренние шумов камеры значительно затрудняют анализ релаксационной зависимости. Поэтому методика обработки экспериментальных данных была оптимизирована. Вместо максимальной яркости анализировался размах между максимальной и минимальной яркостью, усредненной вдоль профиля стенки. Кроме того, на языке LabView было написано специальное ПО для анализа релаксации контрастов в области, где только что прошла доменная стенка по оптимизированной методике с последующей автоматической аппроксимацией полученной зависимости (рис. 3).

Как видно (рис. 2b), изменение методики обработки экспериментальных данных позволило существенно снизить влияние шумов. Кроме того, данный метод обработки имеет еще одно преимущество. Полученная зависимость интенсивности от времени аппроксимируется выражением вида (в случае дробно-экспоненциального закона релаксации):

$$I(t) = I_0 + I_1 \cdot \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad (2)$$

При этом, в случае анализа максимальной интенсивности параметр  $I_0$  не равен 0, т.к.  $I(t)$  очевидно релаксирует к уровню средней освещенности образца. Это затрудняет аппроксимацию, т.к. параметры  $I_0$  и  $\beta$  оказывают взаимное влияние друг на друга. Если же анализируется размах интенсивности, то параметр  $I_0$  равен 0, т.к. со временем интенсивность в области скачка доменной стенки выравнивается. Это уменьшает количество параметров аппроксимации и снижает ошибки аппроксимации.



Рис. 3. ПО для анализа экспериментальных данных в методе анализа контрастов двулучепреломления

Обработка экспериментальных результатов CLN по оптимизированной методике дала следующие результаты: релаксация размаха интенсивности в области прыжка доменной стенки подчиняется биэкспоненциальному закону:

$$R(t) = R_1 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + R_2 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \quad (3)$$

Характерные времена релаксации равны:

$$\tau_1 = (46 \pm 7) \text{ мс}$$

$$\tau_2 = (250 \pm 70) \text{ мс}$$

Ошибки измерения времен релаксации связаны не с погрешностью аппроксимации, а с отличием этих параметров в разных частях образца, т.е. они отражают степень однородности параметров релаксации внутреннего поля смещения по образцу.

При использовании камеры с частотой записи 15 fps характерное время релаксации было равным 120 мс, что отличается от полученных в данном эксперименте времен релаксации  $\tau_1$  и  $\tau_2$ . Это говорит о том, что скорости 15 fps недостаточно для того, чтобы достаточно подробно исследовать релаксацию внутренних полей. Считая, что мы должны получить как минимум 10 точек до существенного спада интенсивности, получаем, что частота кадров камеры для исследования процесса релаксации внутреннего поля должна быть не менее 250 fps.

## 2.2. Тестирование пластин, выращенных ведущими мировыми производителями монокристаллов ниобата лития и танталата лития.

Измерены параметры процесса релаксации внутреннего поля в монокристаллах конгруэнтного ниобата лития, выращенного фирмой Crystal Technology, inc., США, а также в монокристаллах конгруэнтного танталата лития, выращенного фирмой Oxide Corporation, Япония.

Во-первых, данные пластины были исследованы методом анализа тока переключения. Для исследования релаксации внутреннего поля смещения в CLT использовались импульсы специальной формы (см. раздел 2.1). Скорость нарастания внешнего поля 260 кВ/(мм·с). Поле в фазе ожидания 12 кВ/мм. Коэрцитивное поле при прямом переключении составляло 24,04 кВ/мм при СКО 0.09 кВ/мм, что говорит об оптимальном подборе интервала между импульсами.

При переключении CLN использовались импульсы со скоростью нарастания 112 кВ/(мм·с). Поле в фазе ожидания 4 кВ/мм. Коэрцитивное поле при прямом переключении составляло 21.2 кВ/мм при СКО 0.08 кВ/мм, что также говорит об оптимальном подборе интервала между импульсами.

Полученная зависимость поля объемного экранирования от времени приведена на рис. 4

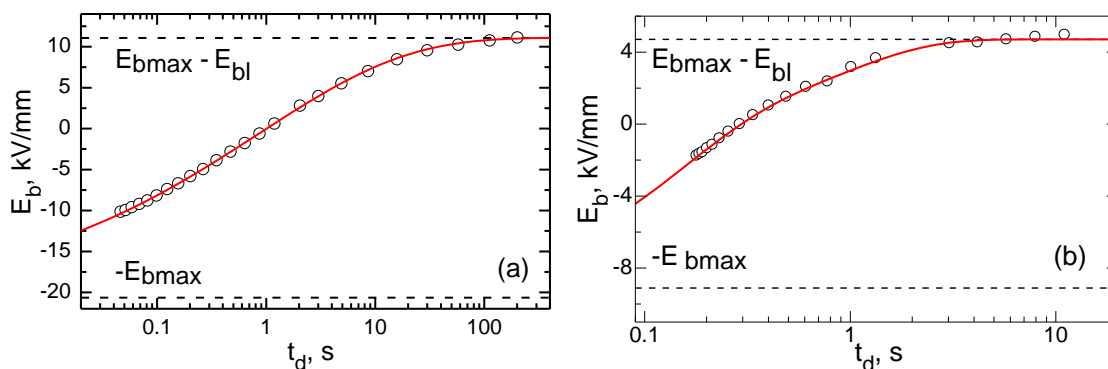


Рис. 4. Зависимость поля объемного экранирования от времени между прямым и обратным переключением в CLT(a) и CLN(b).

Релаксация внутреннего поля в CLN описывается биэкспоненциальным законом. В CLT - дробно-экспоненциальным. Полученные параметры кинетики доменной структуры приведены в табл. 1.

Таблица 1. Параметры релаксации внутреннего поля в CLN и CLT, полученные методом анализа тока переключения

Материал	$E_{th} - E_{rd}$ , кВ/мм	$E_{bmax}$ , кВ/мм	$E_{bl}$ , кВ/мм	$E_{bl}/E_{bmax}$	$\tau$ , мс	Параметр
----------	------------------------------	--------------------	------------------	-------------------	-------------	----------

CLN	13.1	10.1	5.97	59%	$\tau_1 100$ $\tau_2 750$	$\alpha = 0.64$
CLT	1.3	19.3	8.2	42%	1100	$\beta = 0.32$

Здесь параметр  $\beta$  - степень дробно-экспоненциального закона, параметр  $\alpha$  - относительный вклад (по амплитуде) первой из экспонент в биэкспоненциальном законе релаксации.

Также для исследования пластин использовался метод анализа контрастов двулучепреломления. В CLN характерные времена релаксации составляли:

$$\tau_1 = (30 \pm 17) \text{ мс}$$

$$\tau_2 = (250 \pm 150) \text{ мс}$$

в CLT:

$$\tau = (6 \pm 1) \text{ с}$$

$$\beta = (0.6 \pm 0.1)$$

Максимальное значение поля объемного экранирования ( $E_{bmax}$ ) в CLT больше порогового поля. Это говорит о возможности самопроизвольного обратного переключения в исследуемом диапазоне времен  $t_d$ .

В CLN же ситуация обратная:  $E_{bmax} < (E_{th} - E_{rd})$ , поэтому самопроизвольное обратное переключение при  $t_d > 180$  мс (исследованный диапазон) невозможно. Однако в работе [1] указывалось существование самопроизвольного обратного переключения в CLN при временах меньших 50 мс, которые не могли быть исследованы методом анализа тока переключения, но характерное время релаксации  $(30 \pm 17)$  мс было обнаружено методом анализа контрастов двулучепреломления. Из вышесказанного следует, что максимальное значение поля объемного экранирования в CLN в действительности больше 12.1 кВ/мм (порогового поля) и за время порядка 180 мс оно релаксирует до значения 9.1 кВ/мм. Характерное время экранирования в CLT меньше, чем времена экранирования  $\tau_0$  и  $\tau_1$  в CLN. Это соответствует различиям кинетики доменной структуры в материалах: треугольная форма доменов в CLT и шестиугольная - в CLN. Также показательным является тот факт, что тип релаксационной зависимости (дробно-экспоненциальный или биэкспоненциальный) в CLN и CLT отличается. Причем отличие наблюдается в обоих использованных методах анализа. Для выявления сути различия необходимо дополнительное теоретическое исследование, так как на данный момент не разработана

достаточно подробная теоретическая модель процесса объемного экранирования в сегнетоэлектрике.

На основании данного сравнительного анализа можно сделать вывод, что процесс релаксации внутреннего поля в монокристаллах ниобата лития и танталата лития существенно отличается, таким образом, рекомендации по качеству пластин для нелинейно-оптических применений необходимо будет разрабатывать отдельно для ниобата лития и танталата лития.

Предложенные и оптимизированные методики измерения параметров кинетики доменной структуры были использованы для тестирования и сравнительного анализа пластин конгруэнтного танталата лития, выращенных разными производителями, а также для тестирования пластин различных партий одного производителя.

Были измерены параметры кинетики доменной структуры в пластинах конгруэнтного танталата лития (CLT), выращенного указанными выше производителями, методом анализа тока переключения. Результаты измерений приведены в табл. табл. 2.

Таблица 2. Параметры релаксации внутреннего поля в CLT, выращенным в Crystal Tech. и Oxide.

Производитель	$E_{th} - E_{rd}$ , кВ/мм	$E_{bmax}$ , кВ/мм	$E_{bl}$ , кВ/мм	$E_{bl}/E_{bmax}$	$\tau$ , с	$\beta$
Oxide	3.4	20.7	9.6	46%	0.86	0.32
Crystal Tech.	1.3	19.3	8.2	42%	1,1	0.32

Отличия в пороговых полях ( $E_{th} - E_{rd}$ ) связаны с различной скоростью нарастания внешнего поля при измерениях; для сравнения материалов по данному параметру необходимо будет в дальнейшем исследовать зависимость порогового поля от скорости нарастания внешнего поля. Величины поля объемного экранирования ( $E_{bmax}$ ) в данных материалах отличаются незначительно. Так как поле объемного экранирования в существенной степени связано с концентрацией точечных дефектов, то можно сделать вывод, что данным производителям удалось достичь до минимальной концентрации точечных дефектов, возможной в монокристалле конгруэнтного состава. Вместе с тем характерные времена релаксации в данных материалах отличаются более чем на 20%, что необходимо учитывать при создании в них регулярных доменных структур. Параметры  $\beta$  и доля медленно релаксирующей составляющей внутреннего поля близки, что говорит о том, что данные параметры, вероятно, менее чувствительны к изменениям состава и условий

выращивания монокристаллов.

Таким образом, тестирование монокристаллов CLT, выращенных различными производителями данного материала, с использованием предложенной методики позволило зарегистрировать различия в параметрах кинетики доменной структуры, которые существенно влияют процесс создания периодических доменных структур.

Кроме сравнения параметров кинетики доменной структуры в монокристаллах LN и LT различных производителей, очень важное значение для доменной инженерии имеет и воспроизводимость данных параметров в монокристаллах разных партий одного и того же производителя. Данное сравнение было проведено в пластинах конгруэнтного ниобата лития, выращенных фирмой Crystal Technology (табл. 3)

Таблица 3. Параметры релаксации внутреннего поля в CLN различных партиях, выращенного фирмой Crystal Technology.

Партия	$E_{th} - E_{rd}$ , кВ/мм	$E_{bmax}$ , кВ/мм	$E_{bl}$ , кВ/мм	$E_{bl}/E_{bmax}$	$\tau$ , мс	$\alpha$
1	13.1	10.1	5.97	59%	$\tau_1$ 100 $\tau_2$ 750	0.64
2	12.1	9.1	4.4	48%	$\tau_1$ 140 $\tau_2$ 920	0.53

Различие пороговых полей опять же связано различной скоростью нарастания внешнего поля при измерениях. Как видно, поля объемного экранирования ( $E_{bmax}$ ) в пластинах отличаются на 10%, что опять же говорит о близкой концентрации точечных дефектов в них. Вместе с тем, доля медленно релаксирующей составляющей, характерные времена релаксации и параметр  $\alpha$  отличаются довольно существенно. Особенно важным параметром, влияющим на кинетику доменной структуры является наименьшее из характерных времен релаксации, которое в исследованных пластинах отличается на 40 мс. Таким образом даже пластины, полученные от одного производителя могут иметь существенные отличия в параметрах процесса объемного экранирования. Причем предложенная методика позволяет регистрировать данные различия.

Было произведено тестирование образца LN:MgO фирмы Yamaju Ceramiks.Co.,Ltd., Япония как наиболее перспективного для практических применений материала.

Во-первых, была произведена прямая визуализация кинетики доменной структуры в данном материале при переключении в полях от 8 кВ/мм до 12,5 кВ/мм (рис. 5). Экспериментальная установка позволяла визуализировать кинетику доменной структуры с одновременным приложением внешнего электрического поля. Как и в случае ниобата



лития, в данном материале наблюдается рост шестиугольных доменов с  $\Upsilon$ -ориентированными доменными стенками. Отличительной особенностью является более медленное движение доменных стенок, отсутствие их скачкообразного движения. Минимальное полученное время переключения образца составляло 100 мс при переключении в поле 12.5 кВ/мм. Попытки дальнейшего увеличения переключающего поля приводят к пробое образца.

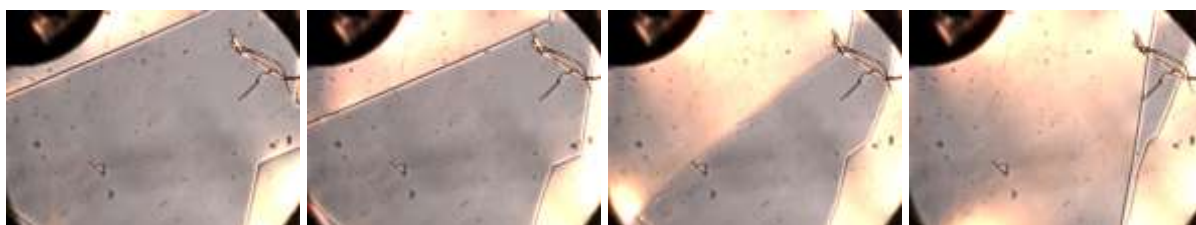


Рис.5 Кадры видеозаписи кинетики доменной структуры в LN:MgO. Интервал между кадрами 1 с.

Исследована устойчивость образца к циклическому переключению. Для этого к образцу прикладывались импульсы треугольной формы амплитудой 12 кВ/мм и периодом 2 с. Время ожидания между импульсами составляло 5 минут. Коэрцитивное поле при прямом переключении составляло 11.8 кВ/мм и воспроизводилось с точностью 60 В/мм, что говорит о достаточно хорошей устойчивости образца к циклическому переключению и обосновывает корректность использованных методов.

Измерена зависимость времени переключения образца от величины внешнего поля. Использовались импульсы прямоугольной формы с временем нарастания 0.01 с. Величина внешнего поля изменялась от 7 до 11 кВ/мм. Полученная зависимость приведена на рис. 6а. Данная зависимость аппроксимировалась формулой вида:  $t_s = t_0 \exp(E_a/(E-E_i))$ . Параметры аппроксимации:  $t_0 = 60$  мс;  $E_a = 30$  кВ/мм;  $E_i = 0.08$  кВ/мм.

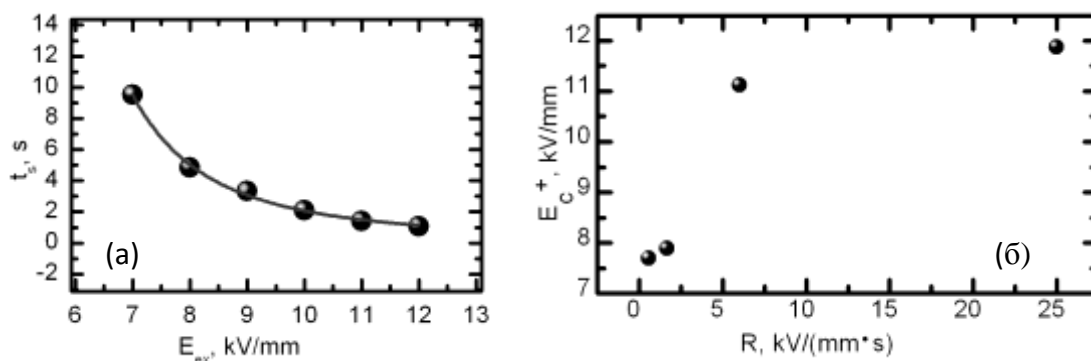


Рис 6. (а) - зависимость времени переключения от величины внешнего поля в LN:MgO  
(б) – зависимость коэрцитивного поля от скорости нарастания внешнего поля в LN:MgO

Измерена зависимость коэрцитивного поля в прямом направлении от скорости нарастания внешнего поля. Интервал между двумя последовательными импульсами переключения составлял 5 минут. Измеренная зависимость  $E_c^+(R)$  приведена на рис. 6б. Виден существенный рост коэрцитивного поля при скоростях нарастания до 6 кВ/мм с, который связан с большим временем переключения образца в диапазоне переключающих полей. При последующем росте скорости нарастания внешнего поля коэрцитивное поле  $E_c^+$  меняется слабо. Данный эффект связан с существенным увеличением плотности зародышеобразования в полях более 8 кВ/мм, которое наблюдалось в экспериментах по визуализации кинетики доменной структуры.

Необходимо отметить, что создание РДС в LN:MgO обычно производится при повышенной температуре [2]. Поэтому была измерена температурная зависимость порогового поля в LN:MgO. Так как переключение даже половины площади электрода в LN:MgO при температурах выше 100 °С затруднено существенным возрастанием проводимости при таких температурах [3], то в качестве интегрального параметра, характеризующего процесс переключения, было использовано пороговое или стартовое поле, которое соответствует величине внешнего приложенного поля, при котором начинается переключение (в растущем внешнем поле). При этом пороговые поля определялись из измерений тока переключения для различных значений заряда (интеграла тока) в начале переключения. Использованные уровни заряда соответствуют переключению от 3% до 30% площади электрода. Скорость нарастания внешнего поля была равна 0,5 кВ/мм/с.

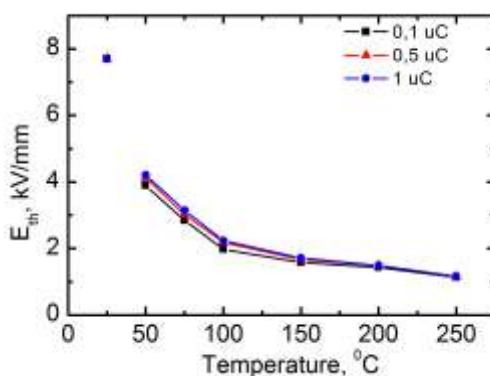


Рис. 7. Зависимость порогового поля от температуры в LN:MgO

Полученная зависимость приведена на рис. 7. Как видно, температурные зависимости пороговых полей практически не зависят от выбора конкретного уровня заряда. При этом коэрцитивное поле в LN:MgO падает примерно в 5 раз при повышении

температуры до 250<sup>o</sup>C.

После переключения поляризации при высоких температурах в измерениях тока переключения было обнаружено возникновение проводимости и ее релаксация (Рис.8). Об этом свидетельствует ненулевое значение тока после характерного для переключения пика.

Для более детального исследования к образцу прикладывались импульсы специальной формы (Рис. 7) с амплитудой переключающего импульса, которая лишь немного выше амплитуды порогового для данной температуры и данного материала, для достижения частичного переключения. Температур образца составляла 200 °C.

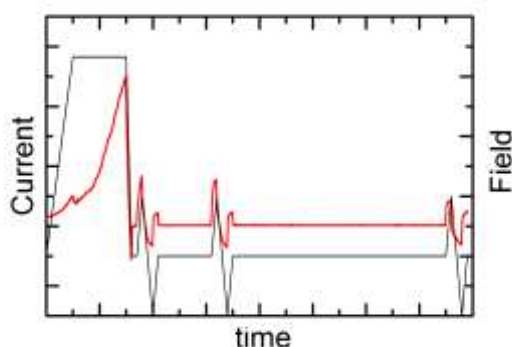


Рис. 8. Характерная форма импульса для исследования релаксации проводимости.

После переключающего импульса следовала серия из треугольных импульсов с амплитудой 0,5 кВ/мм. Далее производился анализ полученных токов отклика. Для каждого треугольного импульса рассчитывалась вольт-амперная характеристика, из анализа которой вычислялась проводимость.

Полученные значения проводимости для первого (после переключения) треугольного импульса приведены в табл. 4. Также здесь приведено значение проводимости ( $\sigma_0$ ) которое измерялось в монокристаллическом образце (без переключения). Как видно, после переключения поляризации (частичного) проводимость образца при данной температуре увеличилась на два порядка.

Таблица 4. Значения проводимости LN:MgO:  $\sigma_0$  – в монокристаллических образцах,  $\sigma^+$ ,  $\sigma^-$  - в поликристаллических образцах в направлении переключающего импульса и противоположном, соответственно.

Материал	$\sigma_0(200^{\circ}\text{C}),$ $10^{-10} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$	$\sigma^+(200^{\circ}\text{C}),$ $10^{-10} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$	$\sigma^-(200^{\circ}\text{C}),$ $10^{-10} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$
LN:MgO	2	550	510

На рис. 9 представлена зависимость проводимости LN:MgO в направлении

переключающего импульса и в противоположном направлении от времени после переключения.

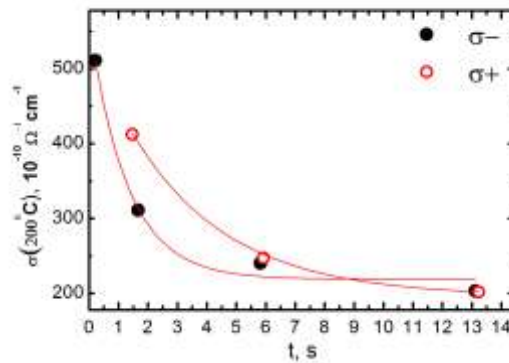


Рис. 9. Зависимость проводимости LN:MgO в направлении переключающего импульса и в противоположном направлении от времени после переключения

Данные зависимости аппроксимировались экспоненциальной зависимостью вида:

$$\sigma(t) = y_0 + A \exp\left(-\frac{t}{t_r}\right) \quad (4)$$

где  $y_0$  – значение, до которого релаксирует проводимость,  $t_r$  – характерное время релаксации. Результаты аппроксимации для зависимости  $\sigma^-(t)$ :

$$y_0 = (220 \pm 20) \cdot 10^{-10} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$$

$$t_r = (1,3 \pm 0,3) \text{ с}$$

## 2.3 Изготовление лабораторных образцов периодических доменных структур

Одним из наиболее актуальных современных применений периодических доменных структур в сегнетоэлектриках является создание высокоэффективных нелинейно-оптических преобразователей частоты лазерного излучения [4]. Для таких применений используются монокристаллы ниобата лития с регулярной прецизионной микродоменной структурой с периодом в диапазоне от 4 до 30 мкм [5]. Лабораторные образцы периодических доменных структур были созданы в монокристаллах ниобата лития конгруэнтного состава (CLN) и легированных оксидом магния (LN:MgO).

Классическая методика создания периодических доменных структур с помощью приложения электрического поля была создана и апробирована для ниобата лития конгруэнтного состава (CLN) [6], который является наиболее доступным материалом. Однако, низкое значение порога фоторефрактивного оптического повреждения не позволяет использовать CLN для преобразования излучения мощностью более 30 мВт.

Легирование ниобата лития 5% MgO (MgO:LN), повышает порог оптического повреждения на несколько порядков и позволяет получать излучение второй гармоники мощностью более 15 Вт [34,35]. Повышенная пространственная неоднородность кристаллов MgO:LN, вызванная большой концентрацией легирующей примеси, и значительная объемная проводимость, не позволяют использовать методы создания периодических доменных структур, разработанные для конгруэнтного ниобата лития [34].

Для формирования прецизионной доменной структуры на полярных поверхностях монокристаллических пластин ниобата лития необходимо создать структуру электродов. На одну поверхность – сплошной электрод, а на другую - периодический полосовой электрод. Период выбирается в соответствии с результатами расчета для каждого типа преобразователей длины волны лазерного излучения, исходя из критериев выполнения квазифазового согласования.

### 2.3.1 Конгруэнтный ниобат лития

В случае CLN используется конфигурация электродов с периодическим диэлектриком (фоторезист), покрытым жидким электролитом (рис. 10).

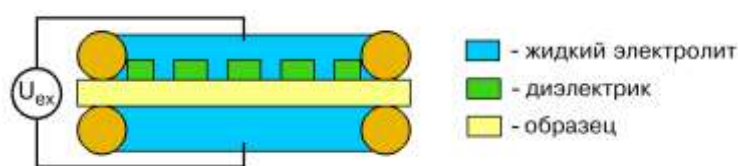


Рис.10. Периодические электроды, используемые для создания РДС в CLN

Полосовые электроды наносили в виде независимых областей, размеры которых подбирались, исходя из требуемых размеров элементов. Для изготовления элементов преобразователей импульсного излучения с длиной волны 1064 нм в излучение с длиной волны 532 нм были рассчитаны следующие параметры полосового электрода: размер областей с периодической полосовой структурой 5x10 мм, ширина полос 1.7 мкм, период 6.78 мкм, ориентация полос вдоль Y кристаллографического направления.

Структура с периодическим диэлектриком создавалась на Z+ поверхности CLN с помощью фотолитографии. При этом была разработана следующая последовательность этапов:

**Подготовка исходной пластины**, заключающаяся в очистке от частиц и других загрязнений, а также обеспечения хорошей адгезии фоторезиста. Было показано, что для новых, ранее неиспользованных пластин, хранившихся в оригинальной упаковке

производителя, достаточно выполнить отмывку пластины в ультразвуковой ванне в ацетоне (ОСЧ) и затем в изопропиловом спирте (ОСЧ) в течение не менее чем 5 минут для каждого растворителя. Необходимо избежать высыхания ацетона, поэтому перенос пластины из ванны с ацетоном в ванну с изопропиловым спиртом должен быть произведен быстро. После очистки в изопропиловом спирте, пластина должна быть быстро высушена интенсивным обдувом сухим ОСЧ азотом.

Для загрязненных пластин дополнительно выполняется протирка безворсовой салфеткой в растворителе или сверхчистой деионизованной воде, а также очистка в смесях RC1, RC2 и Piranha.

Показано, что для пластин ниобата лития, а также сплошного металлического покрытия на поверхности не требуется обработка праймерами адгезии (HMDS и т.п.).

**Нанесение фоторезиста** методом центрифугирования выполняется сразу после очистки и сушки пластины. На пластину, установленную на вакуумную присоску центрифуги, в автоматическом или ручном режиме наносится 1-5 мл фоторезиста, и центрифуга раскручивается до  $4000 \text{ об} \cdot \text{мин}^{-1}$  с ускорением не менее  $1000 \text{ об} \cdot \text{мин}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$ . При вращении в течение 30-40 с происходит распределение пленки фоторезиста по поверхности и первичное удаление растворителя.

**Предварительная сушка фоторезиста** выполняется на специализированной нагревательной плитке с контролем скоростей нагрева/охлаждения. Пироэлектрическое поле, возникающее при изменении температуры пластины, может привести к нежелательному формированию игольчатых приповерхностных доменов. С другой стороны, необходимо обеспечить эффективное испарение растворителя из пленки фоторезиста, причем длительное температурное воздействие приводит к увеличению декомпозиции фотоактивных добавок и снижает чувствительность фоторезиста. Исходя из этих ограничений, был выбран следующий режим: а) нагрев до  $100^\circ\text{C}$  со скоростью не более  $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ , б) сушка при  $100^\circ\text{C}$  в течение двух минут, в) охлаждение до комнатной температуры со скоростью не более  $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Номинальная толщина использованных фоторезистов после сушки составляла 0.5 – 3.2 мкм. Перед экспонированием пластина с фоторезистом должна быть выдержана при комнатной температуре 5-10 минут.

**Совмещение фотошаблона с пластиной и экспонирование** выполняется на установке Suss MicroTec MJB4 в режима вакуумного контакта. Пластина выравнивается так, чтобы срез пластины был параллелен меткам совмещения на фотошаблоне, что

обеспечивает параллельность полос электрода Y кристаллографической оси. Для повышения пространственного разрешения экспонирование производится излучением ртутной лампы, из которого с помощью фильтра выделяется полоса вблизи длины волны 365 нм. Плотность мощности экспонирования  $10 \text{ мВт/см}^2$ , время экспонирования 10-30 с.

**Проявка экспонированного фоторезиста** выполняется в специализированном щелочном проявителе на основе водного раствора тетраметилгидроксида или NaOH (в зависимости от типа резиста). Время проявки и экспонирования определяются совместно из серии экспериментов. При оптимальном экспонировании время проявки 15-30 с. После проявки пластина немедленно промывается в чистой деионизованной воде для удаления остатков проявителя и растворенного в нем фоторезиста. В результате на поверхности пластины формируется рисунок фоторезиста в соответствии с фотошаблоном.

Затем выполняется дополнительная сушка фоторезиста (задубливание) при температуре до  $120\text{-}130^\circ\text{C}$  для увеличения стабильности фоторезиста.

Далее, пластину CLN с созданной периодической структурой диэлектрика (фоторезиста)(рис. 12а) помещают в жидкостную ячейку (рис. 10). Создание РДС осуществляется использованием импульса специальной формы (рис.11).

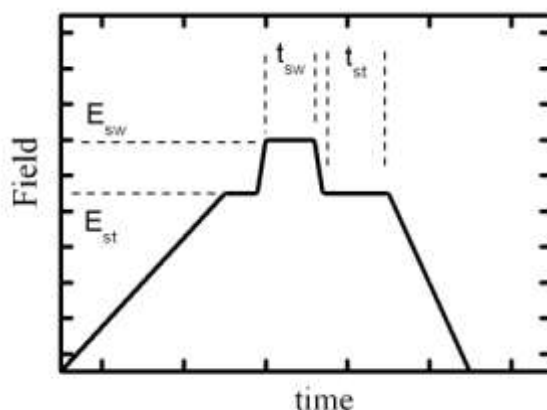


Рис. 11. Импульс электрического поля, используемый для создания регулярной доменной структуры в конгруэнтном ниобате лития.

На первой стадии импульса внешнее электрическое поле увеличивается до величины  $E_{st}$ , которое меньше коэрцитивного поля в данном материале. Затем за время порядка 1 мс поле поднимается до  $E_{sw}$  (коэрцитивное поле или немного выше). При данном поле происходит переключение образца в областях, не закрытых фоторезистом. Через время  $t_{sw}$  поле вновь сбрасывается до стабилизирующего значения  $E_{st}$ . Образец выдерживается при данном поле время  $t_{st}$  для исключения самопроизвольного обратного переключения.

Конкретные параметры импульса подбираются на основе результатов предшествующего тестирования пластины. Время переключения  $t_{sw}$  подбирается на основании зависимости  $t_s(E_{ex})$  - за время  $t_{sw}$  в поле  $E_{sw}$  должна успеть переключиться необходимая часть образца. Из зависимости поля объемного экранирования от времени  $E_b(t)$  определяется время стабилизации  $t_{st}$  доменной структуры. Полученная периодическая доменная структура приведена на рис. 12б.

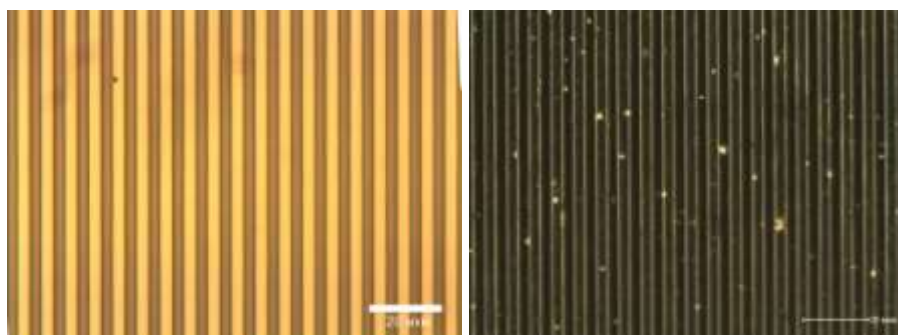


Рис. 12. (а) – структура периодических полос фоторезиста, созданная на поверхности CLN методами фотолитографии; (б) – полученная после приложения импульса электрического поля периодическая доменная структура в CLN

### **2.3.2 Ниобат лития, легированный оксидом магния**

Регулярная доменная структура создавалась в LN:MgO с помощью системы металлических полосовых электродов, которые также создавались методами фотолитографии. Использование металлических электродов обусловлено необходимостью переключения данного материала при повышенных температурах (150-200 °C).

Полосовые электроды наносили в виде независимых областей, размеры которых подбирались, исходя из требуемых размеров элементов (Рис. 12). Модульная структура полосового электрода позволяла проводить оптимизацию технологии с небольшими затратами исходных материалов.

Для изготовления элементов преобразователей импульсного излучения с длиной волны 1064 нм в излучение с длиной волны 532 нм также следующие параметры полосового электрода: размер областей с периодической полосовой структурой 5x10 мм, ширина полос 1.7 мкм, период 6.95 мкм, ориентация полос вдоль Y кристаллографического направления (Рис. 13).



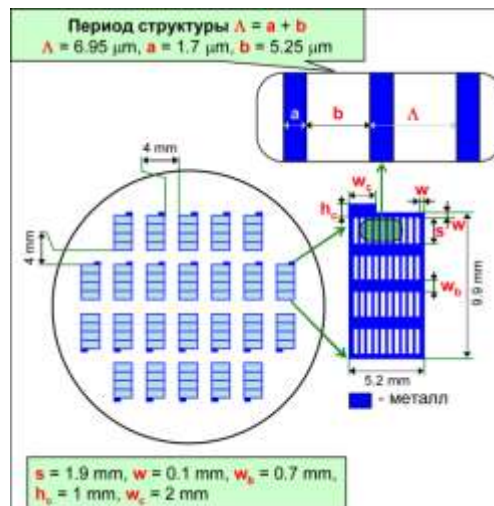


Рис. 13. Эскиз структуры полосовых электродов, наносимых на  $Z^+$  полярную поверхность пластины.

Материал полосовых электродов – алюминий, хром, тантал или вольфрам. Для нанесения электродов методом фотолитографии использовались два основных способа (Рис. 14):

**Обращенная (взрывная) литография**, в которой металл наносится на поверхности пластины поверх маски из фоторезиста. Затем фоторезист удаляется, срывая слой металла, нанесенный поверх него. При этом металлические электроды формируются в тех местах, где фоторезист был удален при проявке.

**Прямая фотолитография**, в которой маска из фоторезиста формируется поверх слоя металла, нанесенного на пластину, а затем металл удаляется через окна в фоторезисте жидким химическим или сухим реактивно-ионным травлением. При этом металлические электроды формируются в областях покрытых фоторезистом.

Было показано, что для электродов из алюминия и/или хрома необходимо использовать технологию взрывной (обращенной) литографии, так как они относительно легко наносятся методом электронно-лучевого испарения, который не приводит к повреждению слоя фоторезиста. Для электродов из тантала или вольфрама лучше использовать прямую фотолитографию с реактивно-ионным травлением по маске из фоторезиста в плазме фреонов на основе фтора.

Нанесение **сплошного электрода** на  $Z^-$  поверхность пластины выполняется с помощью напыления необходимого металла с помощью электронно-лучевого испарения (Al, Cr) или магнетронного распыления (W, Ta) в вакууме.

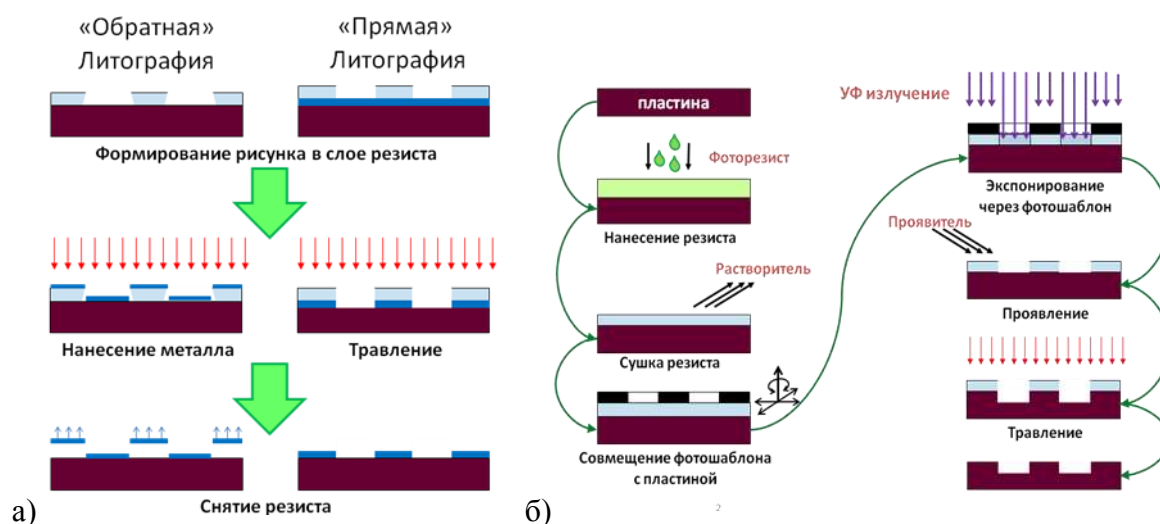


Рис. 14. (а) Два варианта переноса рисунка маски фоторезиста в рисунок металлического электрода на поверхности пластины; (б) общая последовательность процедур при фотолитографии.

Была разработана следующая последовательность этапов нанесения **полосовых электродов** на  $Z^+$  поверхность пластины методом обратной (взрывной) литографии:

Для **нанесения полосовых электродов** на  $Z^+$  поверхность методом обратной (взрывной) литографии к этапам фотолитографии, приведенным в разделе 1.3.1 (Конгруэнтный ниобат лития) добавлялись следующие этапы:

**Металлизация поверхности.** На поверхность пластины с рисунком фоторезиста методом электронно-лучевого испарения наносятся последовательно слой Cr для повышения адгезии и слой Al для обеспечения малого электрического сопротивления. Суммарная толщина слоя металла 50-100 нм. Перед напылением выполняется плазменная чистка поверхности в течение 1-2 мин в плазме кислорода для удаления тонкого паразитного слоя фоторезиста, который может оставаться после проявки в тех местах, где он должен был быть снят.

**Создание электродов.** После напыления производится операция «взрыва» фоторезиста, при которой пластина с фоторезистом и металлом поверх него помещается в растворитель, который приводит к набуханию, отслоению и растворению фоторезиста с удалением нанесенного на него металла. В результате слой металла остается только в окнах в фоторезисте. Процесс проводится в ультразвуковой ванне. После отслоения фоторезиста пластина отмывается в сверхчистой деионизованной воде. На этом нанесение электродов заканчивается.

В случае использования фотолитографии с применением реактивно-ионного травления на пластину наносится требуемый слой металла (W, Ta), затем выполняются

этапы I-V вышеописанной процедуры (см. раздел 1.3.1). Затем выполняется дополнительная сушка фоторезиста (задубливание) при температуре до 120-130°C для увеличения стабильности. Затем выполняется реактивно-ионное травление слоя металла через маску из фоторезиста. Состав плазмы подбирается (из комбинации газов Ar, O<sub>2</sub>, CF<sub>4</sub>, SF<sub>6</sub>, CHF<sub>3</sub>) так, чтобы травление шло селективно с отношением скоростей травления металла и резиста 2:1 или более. Тот факт, что слой фоторезиста толще, позволяет эффективно вытравить рисунок полосового электрода в слое металла. После травления фоторезист снимается в растворителе типа NMP или смеси H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> с подогревом, а затем пластина окончательно отмывается в сверхчистой деионизованной воде и высушивается. Использованные типы фоторезистов представлены в Таблице 5.

Таблица 5: Использованные типы фоторезистов.

Фоторезист	Назначение
ФП-20М, Фраст-М, г. Зеленоград	Позитивный резист высокого разрешения - применялся для взрывной и прямой литографии. Толщина 2 мкм.
AZ 1505 и AZ 1518, Microchemicals, Германия	Позитивный резист высокого разрешения - применялся для взрывной и прямой литографии. Толщина 0.5 и 1.8 мкм, соответственно.
AZ 6632, Microchemicals, Германия	Позитивный резист высокого разрешения, повышенной стойкости – применялся для реактивно-ионного травления. Толщина 3.2 мкм.
nLOF 2000, Microchemicals, Германия	Негативный резист высокого разрешения - применялся для взрывной фотолитографии. Позволяет создавать профиль фоторезиста с обратным наклоном стенок. Толщина 2 мкм.

Качество и размеры полученных структур контролируются с помощью оптической микроскопии, оптической профилометрии и сканирующей зондовой микроскопии.

Работы по нанесению полосовых электродов выполнялись в чистом производственном помещении класса 100 с использованием следующего оборудования:

1. Установка для нанесения и термической обработки резиста Sawatec SM180-HP250HDMS, Sawatec Solutions, Лихтенштейн.
2. Установка совмещения фотошаблона и пластины и экспонирования фоторезиста SUSS MJB4, Suss MicroTec, Германия.
3. Установка для очистки пластин, проявки и удаления резиста OPTIwet ST30, SSE

Sister Semiconductor Equipment, Германия.

4. Установка реактивно-ионного травления Plasmalab 80 plus RIE, Oxford Instruments, Великобритания.
5. Комплект вакуумной установки для электронно-лучевого испарения и магнетронного напыления Auto 500 Edwards, BOC Edwards, Великобритания.
6. Система контроля качества литографии для чистого помещения, Olympus, Япония.

После создания структуры периодических полосовых электродов (рис 15а) сегнетоэлектрическая пластина LN:MgO опускается в специальную ячейку с силиконовым маслом, которая позволяет производить одновременно контролируемый нагрев пластины и подводить к заданному электроду высокое напряжение.

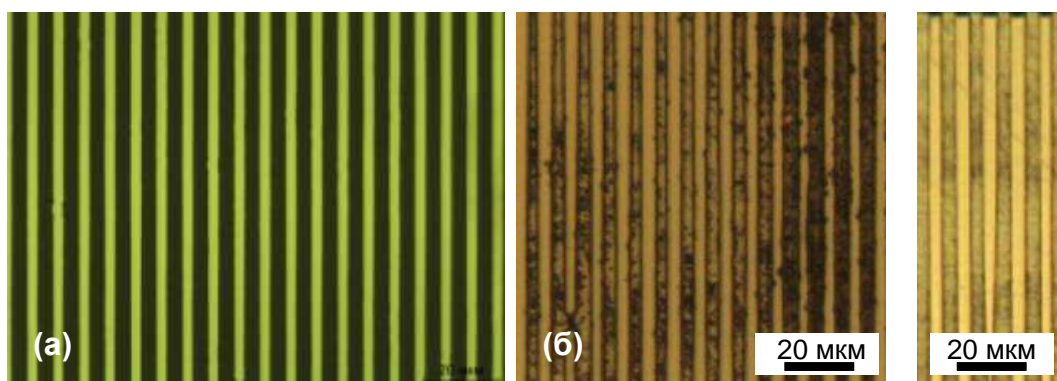


Рис. 15. (а) – структура периодических полосовых электродов на поверхности LN:MgO; (б) – полученная регулярная доменная структура в LN:MgO (на Z+ поверхности и на Y сечении)

При тестировании пластин LN:MgO (см. раздел 1.2) было отмечено существенное увеличение проводимости образца после частичного переключения поляризации, которое затем релаксирует со временем. Этот факт указывает на невозможность создания регулярной доменной структуры в LN:MgO при приложении непрерывного импульса электрического поля: в этом случае рост проводимости образца приведет к существенному увеличению тока через образец, его саморазогреву и пробое. Поэтому регулярная доменная структура в LN:MgO создавалась путем приложения большого числа коротких прямоугольных импульсов. Амплитуда импульса выбирается на основании зависимости  $E_{th}(T)$ , измеренной при тестировании данных пластин. Полученная регулярная доменная структура приведена на рис. 15б.

### 3. Отчет по обобщению и оценке результатов исследований

Целью данной НИР являлась разработка методов тестирования качества пластин нелинейно-оптических сегнетоэлектриков для создания высокоэффективных преобразователей лазерного излучения на основе периодических доменных структур. В ходе выполнения работы был предложен набор методик для тестирования сегнетоэлектрических пластин:

#### 1. Методы измерения параметров процесса объемного экранирования

##### 1.1 Метод анализа коэрцитивных полей

##### 1.2 Метод оптического контраста

#### 2. Методы измерения интегральных характеристик переключения

##### 2.1 Зависимость времени переключения от величины внешнего поля $t_s(E_{ex})$

##### 2.2 Зависимость коэрцитивного поля от скорости нарастания внешнего поля $E_c(dE_{ex}/dt)$

3. Дополнительная методика для образцов с высокой проводимостью – методика измерения зависимости проводимости образца от времени, прошедшего после переключения.

Методы измерения параметров процесса объемного экранирования получают получить следующие параметры образца: максимальные значения поля объемного экранирования ( $E_{bmax}$ ), пороговое поле ( $E_{th}$ ), характерное время релаксации ( $\tau$ ), медленно релаксирующая составляющая поля объемного экранирования ( $E_{bl}$ ). Предложенные методы (с учетом проведенной оптимизации) позволяют измерять указанные поля с точностью до 0.1 кВ/мм и имеют временное разрешение до 2 мс. Как показала апробация данных методик на монокристаллах, выращенных ведущими мировыми производителями – данной точности достаточно для регистрации различия между пластинами разных производителей и между пластинами разных партий одного производителя.

Методы измерения интегральных характеристик переключения позволяют получить параметры зависимости времени переключения от величины внешнего поля ( $t_s, E_a$ ) и параметры зависимости коэрцитивного поля от скорости нарастания внешнего поля ( $E_c^0, \gamma$ ).

Полученные параметры позволяют оптимизировать форму импульсов электрического поля, применяемых для создания регулярных доменных структур в сегнетоэлектриках. Параметры процесса объемного экранирования позволяют определить время, необходимое

для стабилизации доменной структуры. На основании зависимостей  $t_s(E_{ex})$  и  $E_c(dE_{ex}/dt)$  выбирается амплитуда и длительность переключающих импульсов. Полученные на основании тестирования пластин параметры переключающих импульсов позволили успешно создать регулярные доменные структуры в конгруэнтном ниобате лития и ниобате лития, легированном MgO.

### **Рекомендации по возможности использования результатов проведенных НИР в реальном секторе экономики.**

Разработанные методики тестирования сегнетоэлектрических пластин позволят оптимизировать параметры электрических импульсов, используемых при создании регулярных доменных структур, а также увеличить выход годных элементов преобразования частоты лазерного излучения. Наиболее важным результатом работ является возможность оптимизации создания опытных образцов рабочих элементов для преобразования длины волны лазерного излучения.

Разработанные методики, а также созданные лабораторные образцы, были положительно оценены представителями компании ООО «Лабфер», которая занимается созданием и продажей элементов преобразования частоты лазерного излучения.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При выполнении второго этапа проекта получены следующие основные результаты:

1. Оптимизированные методики тестирования сегнетоэлектрических пластин

2. Измеренные интегральные параметры кинетики доменной структуры и параметров процесса объемного экранирования деполяризующего поля в пластинах, выращенных ведущими мировыми производителями монокристаллов ниобата лития и танталата лития.

А также результаты сравнительного анализа данных параметров

3. Лабораторные образцы периодических доменных структур

4. Рекомендации по возможности использования результатов проведенных НИР в реальном секторе экономики

Все поставленные задачи решены в полном объеме, что позволило достигнуть целей второго этапа проекта.

Результаты исследований могут быть использованы в следующих приоритетных направлениях развития науки и техники:

1. Информационные технологии и электроника (1.9. Опто- и акустоэлектроника).

3. Новые материалы и химические продукты (3.1. Материалы для микро- и наноэлектроники).

По результатам исследований подготовлена одна статья.

Разработанные методики измерения параметров кинетики доменной структуры и процесса объемного экранирования деполяризующего поля представляют исключительный интерес для тестирования качества сегнетоэлектрических пластин с точки зрения их применения для создания преобразователей длины волны лазерного излучения на основе регулярных доменных структур. Кроме того показано, что параметры, определяемые по предложенным методикам, могут быть использованы для оптимизации переключающих импульсов при создании регулярных доменных структур.

## Список использованных источников

1. Е.И. Шишкин, Исследование формирования микро- и нанодоменных структур в электрическом поле в ниобате лития и танталате лития, Диссертация канд. физ.-мат. наук, УрГУ, Екатеринбург, 2002, 237с
2. K. Mizuuchi, A. Morikawa, T. Sugita, K. Yamamoto, Jap. J. Appl. Phys. 42, L90 (2003).
3. Frangulian T.S., Pichugin V.F., Yakovlev V.Yu., Kim I.W. Conductivity of MgO-doped LiNbO<sub>3</sub> crystal, Proceedings of the 4th Korea-Russia International Symposium, 1, 78(2000)
4. Risk W.P., Gosnell T.R., Nurmikko A.V. Compact Blue-Green Lasers, Cambridge University Press, 2003.
5. Hum D.S., Fejer M.M. Quasi-phasematching, Comptes Rendus Physiques, 8, 180(2007)
6. Magel G.A., Lim E.J., Fejer M.M., Byer R.L. Second Harmonic Generation in Periodically-Poled Lithium Nobate, Optics News, 15, 20(1989)
7. Mizuuchi K., Morikawa A., Sugita T. High-power continuous wave green generation by single-pass frequency doubling of a Nd : GdVO<sub>4</sub> laser in a periodically poled MgO : LiNbO<sub>3</sub> operating at room temperature, Jap. J. Appl. Phys. Part 2 – Lett., 42, L1296. (2003)
8. Nakamura M., Higuchi S., Takekawa S. Optical damage resistance and refractive indices in near-stoichiometric MgO-doped LiNbO<sub>3</sub>, Jpn. J. Appl. Phys. Part 2 - Lett., 41, L49. (2002)